

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2001-020072

(43)Date of publication of application : 23.01.2001

(51)Int.Cl. C23C 16/26
B82B 3/00
C01B 31/02

(21)Application number : 2000-178515 (71)Applicant : LEE CHEOL JIN
ILJIN NANOTECH CO LTD
(22)Date of filing : 14.06.2000 (72)Inventor : LEE CHEOL JIN
YOO JAE-EUN

(30)Priority

Priority number : 99 9922418 Priority date : 15.06.1999 Priority country : KR
00 0030353 02.06.2000

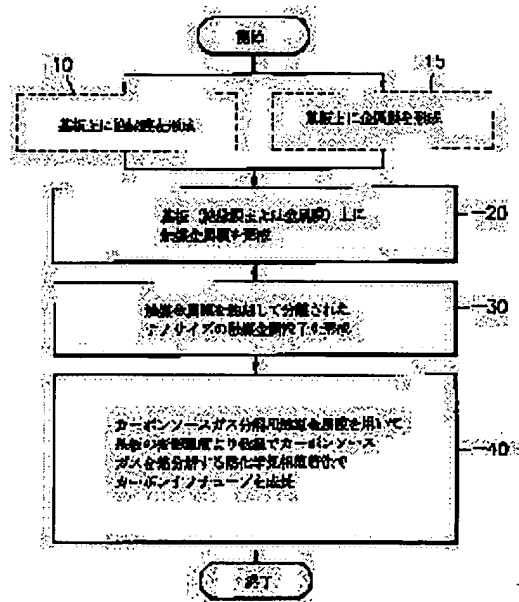
KR

(54) METHOD OF LOW TEMPERATURE SYNTHESIS OF CARBON NANOTUBE USING CATALYST METAL FILM FOR DECOMPOSITION OF CARBON SOURCE GAS

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a method for the low temperature synthesis of carbon nanotubes using a catalyst metal film.

SOLUTION: After a catalyst metal film is formed on a substrate, the catalyst metal film is etched to form nanometer size catalyst metal particles separated from one another. Then a carbon nanotube is grown on each nanometer size catalyst metal particle separated from one another by a thermochemical vapor phase vapor deposition method to pyrolyze a carbon source gas at a temperature lower than the deformation temperature of the substrate by using the catalyst metal film for the decomposition of the carbon source gas. Thus, a



plurality of carbon nanotubes perpendicularly arranged on the substrate are formed.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination] 15.06.2000

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number] 3442033

[Date of registration] 20.06.2003

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

(19)日本国特許庁 (J P)

(12) 公 開 特 許 公 報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開2001-20072

(P2001-20072A)

(43)公開日 平成13年1月23日(2001.1.23)

(51)Int.Cl. ⁷	識別記号	F I	テマコード [*] (参考)
C 2 3 C 16/26		C 2 3 C 16/26	
B 8 2 B 3/00		B 8 2 B 3/00	
C 0 1 B 31/02	1 0 1	C 0 1 B 31/02	1 0 1 F

審査請求 有 請求項の数9 O L (全 8 頁)

(21)出願番号 特願2000-178515(P2000-178515)

(22)出願日 平成12年6月14日(2000.6.14)

(31)優先権主張番号 1 9 9 9 P 2 2 4 1 8

(32)優先日 平成11年6月15日(1999.6.15)

(33)優先権主張国 韓国 (K R)

(31)優先権主張番号 2 0 0 0 P 3 0 3 5 3

(32)優先日 平成12年6月2日(2000.6.2)

(33)優先権主張国 韓国 (K R)

(71)出願人 500273931

李 鉄真

大韓民国全羅北道群山市羅雲2洞現代3次
アパート304棟1004号

(71)出願人 500184372

株式会社日進ナノテック

大韓民国ソウル特別市麻浦区桃花洞50-1
番地

(72)発明者 李 鉄真

大韓民国全羅北道群山市羅雲2洞現代3次
アパート304棟1004号

(74)代理人 100093779

弁理士 服部 雅紀

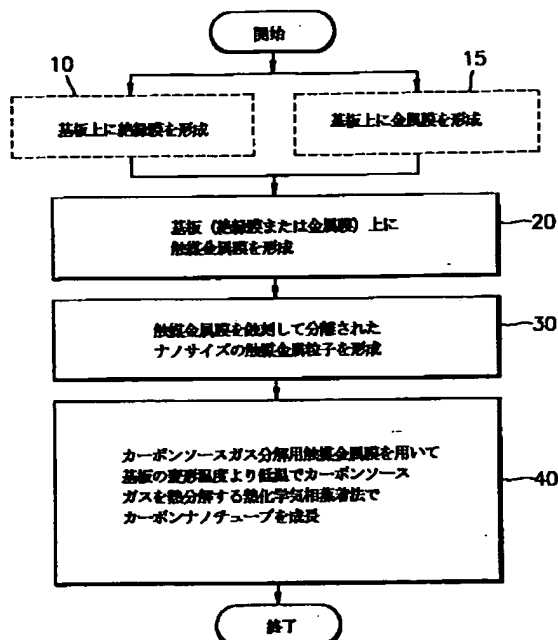
最終頁に続く

(54)【発明の名称】 カーボンソースガス分解用触媒金属膜を用いたカーボンナノチューブの低温合成方法

(57)【要約】

【課題】 触媒金属膜を用いたカーボンナノチューブの低温合成法を提供する。

【解決手段】 基板上に触媒金属膜を形成した後、触媒金属膜を蝕刻して分離されたナノサイズの触媒金属粒子を形成する。次いで、カーボンソースガス分解用触媒金属膜を用いて基板の変形温度より低温でカーボンソースガスを熱分解する熱化学気相蒸着法で分離されたナノサイズの触媒金属粒子毎にカーボンナノチューブを成長させて基板上に垂直に整列された複数個のカーボンナノチューブを形成する。



【特許請求の範囲】

【請求項1】 基板上に触媒金属膜を形成する段階と、前記触媒金属膜を蝕刻して分離されたナノサイズの触媒金属粒子を形成する段階と、
カーボンソースガス分解用触媒金属膜を用いて前記基板の変形温度より低温で前記カーボンソースガスを熱分解する熱化学気相蒸着法で前記分離されたナノサイズの触媒金属粒子毎にカーボンナノチューブを成長させて基板上に垂直に整列された複数のカーボンナノチューブを形成する段階と、
を含むことを特徴とするカーボンナノチューブの合成方法。

【請求項2】 前記触媒金属膜は、コバルト、ニッケル、鉄、またはこれらの合金からなることを特徴とする請求項1記載のカーボンナノチューブの合成方法。

【請求項3】 前記分離されたナノサイズの触媒金属粒子を形成する段階は、アンモニアガス、水素ガスおよび水素化合物ガスからなる群から選択された何れか1つのガスのプラズマを使用するプラズマ蝕刻法により行われることを特徴とする請求項1記載のカーボンナノチューブの合成方法。

【請求項4】 前記プラズマ蝕刻は350℃から550℃で行われることを特徴とする請求項3記載のカーボンナノチューブの合成方法。

【請求項5】 前記分離されたナノサイズの触媒金属粒子を形成する段階は、弗化水素系の湿式蝕刻液を使用した湿式蝕刻法で行われることを特徴とする請求項1記載のカーボンナノチューブの合成方法。

【請求項6】 前記基板の変形温度より低い温度は400℃から650℃であることを特徴とする請求項1記載のカーボンナノチューブの合成方法。

【請求項7】 前記カーボンナノチューブを形成する段階は、
前記カーボンソースガス分解用触媒金属膜の形成された基板を提供する段階と、
前記カーボンソースガス分解用触媒金属膜の形成された基板と前記分離されたナノサイズの触媒金属粒子の形成された基板とを熱化学気相蒸着装置にローディングし、
前記カーボンソースガス分解用触媒金属膜の表面と前記分離されたナノサイズの触媒金属粒子の表面とが対面するように前記熱化学気相蒸着装置にローディングする段階と、
前記熱化学気相蒸着装置内の温度を前記基板の変形温度より低温に保ちながら前記カーボンソースガスを前記熱化学気相蒸着装置内に注入して前記分離されたナノサイズの触媒金属粒子毎にカーボンナノチューブを成長させて前記基板上に垂直に整列された複数のカーボンナノチューブを形成する段階とを含むことを特徴とする請求項1記載のカーボンナノチューブの合成方法。

【請求項8】 前記触媒金属膜を形成する段階は、その

前に、前記基板上に前記基板と前記触媒金属膜との相互反応を防止するための絶縁膜を形成する段階を含むことを特徴とする請求項1記載のカーボンナノチューブの合成方法。

【請求項9】 前記触媒金属膜を形成する段階は、その前に、前記基板上に電極として作用できる導電膜を形成する段階を含むことを特徴とする請求項1記載のカーボンナノチューブの合成方法。

【発明の詳細な説明】

10 【0001】

【発明の属する技術分野】本発明はカーボンナノチューブの合成方法に関わり、特に大面積基板の変形温度(st rain temperature)以下の低温で垂直に整列された高純度カーボンナノチューブを大量合成する方法に関する。

【0002】

【従来の技術】安楽椅子(arm-chair)構造の時は導電性を、ジグザグ(zig-zag)構造の時は半導体性を、各々示すカーボンナノチューブは、FED(field emission devices)のようなディスプレイ素子、白色光源、リチウム2次電池、水素貯蔵セル、トランジスタまたはCRT(cathode-ray tube)の電子放出源等に産業的に広く適用されている。カーボンナノチューブをFEDのようなディスプレイ素子に適用するためにはカーボンナノチューブの合成時、ディスプレイ素子の基板が変形(strain)されてはいけな。そして、高純度のカーボンナノチューブを大面積基板上に垂直に整列して合成される必要がある。また、カーボンナノチューブの合成時、カーボンナノチューブの直径、長さ、基板上の密度および均一度などを容易に調節できる必要がある。

30 【0003】今まで知らされたカーボンナノチューブの合成方法としては、電気放電法、レーザー蒸着法、気相合成法、熱化学気相蒸着法などがある。

【0004】電気放電法(C.Journet et al.,Nature 388,756(1997)およびB.Bethune et al.,Nature 363,605(1993))やレーザー蒸着法(R.E.Smally et al.,Science 273,483(1996))によりカーボンナノチューブを合成すれば、カーボンナノチューブの直径や長さを調節しにくく、収率が低い。またカーボンナノチューブ以外にも多量の非晶質状態の炭素塊りが同時に生成されるために必ず複雑な精製過程を要する。従って、大面積において大量のカーボンナノチューブを成長させることは不可能である。

40 【0005】一方、今まで知らされた熱化学気相蒸着法によれば、多孔質のシリカ(W.Z.Liet al.,Science, 274,1701(1996))またはゼオライト(Shino hara et al.,Jpn.J.Appl.Phys. 37,1257(1998))基板上でカーボンナノチューブを成長させる。この方法によれば、基板の多孔質穴内に触媒金属を充填させるための基板処理過程が非常に複雑で長時間がかかる。従って、直径調節が難しく、収率が低い。また大面

積基板に多量のカーボンナノチューブを成長させるのに限界があり、700℃以上の高温で合成を行う。従って、変形温度が650℃以下と知られている各種ディスプレイ素子の基板として広く用いられるガラス基板、例えば高強度ガラス(650℃以下)、一般のガラス(570℃以下)またはソーダ石灰(soda lime)ガラス(550℃以下)上にカーボンナノチューブを形成するのは不可能である。ディスプレイ素子を製造するにおいてガラス基板が使用できなければ技術的にも、経済的にも非常に不利である。従って、ガラス基板を使用するためにはカーボンナノチューブの合成温度がガラスの変形温度以下となることが要求される。また、今まで開発された大部分の素子では電気配線の大部分がアルミニウムから形成されており、アルミニウムはその溶融点が700℃以下である。

【0006】従って、カーボンナノチューブの合成温度が700℃以上の従来の熱化学気相蒸着法によるカーボンナノチューブの合成方法は各種ディスプレイ素子の製造工程に適用しにくい。

【0007】

【発明が解決しようとする課題】本発明が解決しようとする技術的課題は、基板の変形温度以下の低温で大面積基板に垂直に整列された高純度カーボンナノチューブを大量合成する方法を提供することである。

【0008】

【課題を解決するための手段】本発明の請求項1記載のカーボンナノチューブの合成方法によれば、基板上に触媒金属膜を形成した後、触媒金属膜を蝕刻して分離されたナノサイズの触媒金属粒子を形成する。引続き、カーボンソースガス分解用触媒金属膜を用いて基板の変形温度より低温にカーボンソースガスを熱分解する熱化学気相蒸着法で分離されたナノサイズの触媒金属粒子毎にカーボンナノチューブを成長させる。

【0009】本発明の請求項3および5記載のカーボンナノチューブの合成方法によれば、分離されたナノサイズの触媒金属粒子を形成する段階は、アンモニアガス、水素ガスおよび水素化合物ガスからなる群から選択された何れか1つの蝕刻ガスのプラズマを使用するプラズマ蝕刻法または非水素系列の湿式蝕刻液を使用する湿式蝕刻法により行われる。

【0010】本発明の請求項4記載のカーボンナノチューブの合成方法によれば、プラズマ蝕刻の温度は350℃から550℃であることが望ましい。

【0011】本発明の請求項7記載のカーボンナノチューブの合成方法によれば、カーボンナノチューブを形成する段階は、先にカーボンソースガスを分解しうる触媒金属膜が形成された基板を提供した後、カーボンソースガスを分解しうる触媒金属膜の形成された基板と分離されたナノサイズの触媒金属粒子の形成された基板を触媒金属膜の表面と分離されたナノサイズの触媒金属粒子の

表面が対面するように熱化学気相蒸着装置にローディングし、熱化学気相蒸着装置内の温度を基板の変形温度より低温に保ちながらカーボンソースガスを熱化学気相蒸着装置内に注入して分離されたナノサイズの触媒金属粒子毎にカーボンナノチューブを成長させて基板上に垂直に整列された複数個のカーボンナノチューブを形成する段階より構成される。

【0012】

【発明の実施の形態】以下、本発明の実施例を図面に基づいて説明する。しかし、本発明は下記実施例に限定されるわけではなく、相異なる多様な形態に表現される。

【0013】図1に示すように、本発明の第1実施例によるカーボンナノチューブの合成方法は、基板上に触媒金属膜を形成する段階20と、触媒金属膜を蝕刻して分離されたナノサイズの触媒金属粒子を形成する段階30と、カーボンナノチューブを形成する段階40と、で構成されている。図面において、実線で表した段階は必須的な段階を、点線で表した段階は選択的な段階を示す。

【0014】図1および図2Aに示すように、基板上に触媒金属膜を形成する段階20は、カーボンナノチューブが形成される基板110上に触媒金属膜130を形成する工程である。基板110の素材としてはガラス、石英、シリコンまたはアルミナ(A12O3)基板などが使われる。触媒金属膜130はコバルト、ニッケル、鉄、またはこれらの合金(Co-Ni、Co-Fe、またはNi-Fe)を使用して形成される。触媒金属膜130は熱蒸着法や電子線蒸着法またはスパッタリング法を使用して基板110上に数nmから数百nmの厚さに、望ましくは2nmから100nmの厚さに形成される。基板110の素材としてシリコンを使用して触媒金属膜130をコバルト、ニッケルまたはこれらの合金を使用して形成する場合には、基板110と触媒金属膜130が相互反応してシリサイド膜が形成されることを防止するために触媒金属膜130の形成前に基板110上に絶縁膜120を形成する(絶縁膜を形成する段階10)。絶縁膜120は、シリコン酸化膜またはアルミナなどで形成される。

【0015】図2Bに示すように、カーボンナノチューブをFEDまたは白色光源等に適用しようとする場合には基板110上に金属膜125を形成した後、触媒金属膜130を形成することが望ましい(金属膜を形成する段階15)。金属膜125は、クロム、チタン、窒化チタン、タングステンまたはアルミニウムなどで形成される。金属膜125はFEDまたは白色光源のような素子に必要な電極として使われる。また、図2Cに示すように、他の基板210上にカーボンソースガス分解用触媒金属膜230を形成する。カーボンソースガス分解用触媒金属膜230はクロムまたはパラジウムなどで形成されることが望ましい。カーボンソースガス分解用触媒金属膜230は100nmから200nmの厚さに形成されることが望ましい。

【0016】次に、触媒金属膜130を蝕刻して分離されたナノサイズの触媒金属粒子130Pを形成する（触媒金属膜を蝕刻して分離されたナノサイズの触媒金属粒子を形成する段階30）。触媒金属粒子はプラズマ蝕刻または湿式蝕刻により低温で形成する。プラズマ蝕刻法は図3に示されている。触媒金属膜130の全面にプラズマ300を処理すれば、触媒金属膜130のグレイン粒界（grain boundary）に沿って蝕刻が進行されて相互独立して分離されたナノサイズの触媒金属粒子130Pが基板上に均一に高密度に形成される。本明細書においてナノサイズとは数nmから数百nmの大きさを意味する。蝕刻条件に応じて分離されたナノサイズの触媒金属粒子130Pの大きさおよび形態が変わる。触媒金属粒子の形態によって後続工程で形成されるカーボンナノチューブの形態も影響を受ける。

【0017】プラズマ蝕刻は独立してプラズマ蝕刻装置で行う方法と、プラズマ装置が熱化学気相蒸着装置（後続のカーボンナノチューブ工程時に使われる装置）と一体に連結された装置で行う方法がある。一体型装置の例としては、プラズマ蝕刻装置と熱化学気相蒸着装置が1つのクラスターに連結されたマルチチャンバ装置または熱化学気相蒸着装置に連結されたリモートプラズマ装置を挙げられる。基板の移動にかかる時間および待機中の汚染源に露出されることを防止するためにはプラズマ装置と熱化学気相蒸着装置との一体型装置を使用することが望ましい。

【0018】独立したプラズマ装置で蝕刻する場合には周波数13.6MHz、ガスの圧力0.1Torrから10Torrおよび電力50Wから200Wの工程条件でアンモニアガス、水素ガスまたは水素化合物ガスを30sccmから150sccmにフローさせて形成したプラズマを用いて基板の変形温度以下、即ち、650℃以下に、望ましくは350℃から550℃の温度に5分間から20分間蝕刻して分離されたナノサイズの触媒金属粒子を形成する。

【0019】図5に示すように、一体型装置の場合には13.6MHzの周波数を使用するリモートプラズマ装置にアンモニアガス、水素ガスまたは水素化合物ガスを30sccmから150sccmにフローさせながら形成したプラズマを化学気相蒸着装置内に供給して基板の変形温度以下で分離されたナノサイズの触媒金属粒子を形成する。プラズマとしてはアンモニアガスから形成されたプラズマが最も望ましい。プラズマ蝕刻を使用する場合、低温で蝕刻工程を実施しても所望の形態に分離されたナノサイズの触媒金属粒子を形成でき、反応調節が容易である。

【0020】湿式蝕刻法は触媒金属膜の形成された基板を湿式蝕刻液、例えば弗化水素（HF）溶液、HFとNH₄Fの混合水溶液の弗化水素系の湿式蝕刻液に1分間から5分間浸けて分離されたナノサイズの触媒金属粒子を形成する。湿式蝕刻法を使用する場合にも低温で実施しう

【0021】最後に、カーボンソースガス分解用触媒金属膜230を用いて基板110の変形温度より低温でカーボンソースガスを熱分解する熱化学気相蒸着法でカーボンナノチューブを成長させる（カーボンナノチューブを形成する段階40）。

【0022】図4に示すように、分離されたナノサイズの触媒金属粒子130Pの形成されているカーボンナノチューブが形成される基板110を熱化学気相蒸着装置のポート410のスリットに1つ置きに1つずつ配置する。そして、カーボンソースガス分解用触媒金属膜230の形成されている基板210をポート410の空スリットに立ててカーボンソースガス分解用触媒金属膜230と分離されたナノサイズの触媒金属粒子130Pとを相互対面させる。図5に示すように、基板110、210を全て乗せた後、ポート410を熱化学気相蒸着装置の反応炉400内にローディングする。ローディング時分離されたナノサイズの触媒金属粒子130Pの表面をカーボンソースガスの注入方向415と逆方向に、かつ下向させ、カーボンソースガス分解用触媒金属膜230の表面をガスの注入方向415と対面させる。カーボンソースガスの注入方向415と触媒金属粒子130Pの表面を逆方向にするのは基板110上でカーボンソースガスの流量の流れ（mass flow）を均一にし、反応の均一度を高めるためである。触媒金属粒子130Pの表面を下向させるのは不安定の反応物や反応炉400の内壁に付着された炭素パーティクルが落ちて欠陥を発生させることを防止するためである。

【0023】反応炉400内の温度が工程温度に至ると第1弁500を開放してカーボンソースガス供給源510からガス供給管420を通してカーボンソースガスを反応炉400内に供給する。カーボンソースガスは20sccmから80sccmの流量に10分間から40分間供給する。カーボンソースガスとしてはC1～C3の炭化水素（hydro carbon）ガスが使われる。望ましくは、アセチレン、エチレン、プロピレン、プロパンまたはメタンガスなどが使われる。

【0024】カーボンナノチューブの成長速度および時間を調節するためには第2弁550を開放してキャリアガスおよび希釈ガス供給源560からキャリアガス（水素またはアルゴン等の非活性ガス）および希釈ガス（水素化合物ガス）等をカーボンソースガスと同時に供給することもできる。また、カーボンソースガスと共に適切な割合に蝕刻ガス（例、アンモニアガス、水素ガスまたは水素化合物ガス、図示せず）を同時に供給して基板上に合成されるカーボンナノチューブ間の結合を防止することもできる。カーボンソースガスと蝕刻ガスの体積比は2：1から3：1であることが望ましい。熱化学気相蒸着装置の反応炉400内に供給されたカーボンソースガスはカーボンソースガス分解用触媒金属膜230と先に接触され、カーボンソースガス分解用触媒金属膜230

を構成する触媒金属物質の触媒作用によってカーボンソースガスがカーボンナノチューブの形成される基板110の変形温度以下、例えばガラスの変形温度以下の400℃から650℃でも容易に熱分解される。

【0025】図6に示すように、触媒金属物質の触媒作用によって熱分解されたカーボンソースガス600はナノサイズの触媒金属粒子130Pのそれぞれからカーボンナノチューブ150を成長させる。

【0026】図7Bおよび図7Cは基底成長モデル(base growth model)の概略図であって、これに基づいて成長メカニズムを説明すれば、まず図7Aに示すように熱化学気相蒸着装置の反応炉400内に供給されたカーボンソースガス(例、アセチレンガス(C_2H_2))が気相で熱分解(pyrolysis)されて炭素ユニット($C=C$ または C)を形成すれば、炭素ユニットが触媒金属粒子130Pの表面に吸着された後、内部に拡散されて溶解される。次いで、図7Bに示すように、触媒金属粒子130Pが炭素ユニットで過飽和状態となるとカーボンナノチューブ150が成長し始める。炭素ユニットを供給し続けると、図7Cに示すように触媒金属粒子130Pの触媒作用によりカーボンナノチューブ150が竹状に成長する。触媒金属粒子130Pの形態が丸いか、鈍端の場合にはカーボンナノチューブ150の末端も円形(round)や鈍端(blunt)の形に形成される。一方、ナノサイズの触媒金属粒子130Pの末端が尖った場合にはカーボンナノチューブの末端も尖る。

【0027】本実施例では熱化学気相蒸着装置として水平型装置を例としたが、垂直型装置、インーライン型装置またはコンベヤ型装置も使用できる。本実施例の合成方法によれば直径が数nmから数百nm、例えば1nmから400nmであり、長さが数μmから数百μm、例えば0.5μmから300μmのカーボンナノチューブを合成しうる。

【0028】本発明は下記の実験例に基づいてさらに詳しく説明されるが、この実験例が本発明の範囲を制限することはない。

(実験例1)

【0029】2cm×3cmのガラス基板上に各々熱蒸着法でニッケル膜を100nmの厚さに形成した。ニッケル膜が蒸着されたガラス基板をプラズマ蝕刻装置にローディングした後、周波数13.6MHz、ガスの圧力0.2Torrおよび電力40から200Wの工程条件でアンモニアガスを60sccmにフローさせて形成したプラズマを用いて500℃の温度に分離したナノサイズの触媒金属(ニッケル)粒子を形成した。一方、同一な大きさの他のガラス基板上に各々熱蒸着法でクロム膜を200nmの厚さに形成した。

【0030】分離されたニッケル粒子が形成されているカーボンナノチューブの形成される基板を熱化学気相蒸着装置のボートのスリットに1つ置きに1つずつ位置さ

せ、クロム膜の形成された基板をボートの空スリットに立ててニッケル粒子の表面とクロム膜の表面とを相互対面するように位置させた。

【0031】ボートを熱化学気相蒸着装置内にローディングした後、反応炉の圧力を760Torrに保って温度を550℃に昇温した後、アセチレンガスを40sccmに10分間フローさせてニッケル粒子の各々からカーボンナノチューブを形成させた。SEM(scanning electron microscopy)で観察した結果、カーボンナノチューブが基板上に垂直に均一に成長したことが分かった。そしてTEM(transmission electron microscopy)で観察した結果、直径60nm、長さ10μmのカーボンナノチューブが形成されたことが分かった。

【0032】

【発明の効果】以上説明したように本発明によれば、カーボンソースガス分解用触媒金属膜の作用によりカーボンナノチューブの合成工程温度を低められる。従って、各種ディスプレイ素子の基板、例えばガラス基板の変形温度以下でカーボンナノチューブの合成工程を進行しうる。従って、本発明に係るカーボンナノチューブの合成方法はFEDを始め、各種ディスプレイ素子の製造に効率よく適用しうる。

【0033】また、基板上に形成された触媒金属膜の全面に互って蝕刻工程を実施して分離されたナノサイズの触媒金属粒子を基板全面に互って均一な大きさに高密度に形成する。即ち、カーボンナノチューブの成長に適した触媒金属粒子が周辺の他の粒子と塊り(agglomeration)にならずに分離されて独立して形成されるために炭素ナノチューブの形成時、非晶質状態の炭素塊りが形成されない。従って、高純度のカーボンナノチューブが形成でき、カーボンナノチューブを基板に垂直に整列させる。また、基板の面積が広がっても基板の位置に関係なく均一にカーボンナノチューブを高密度に形成しうる。

【0034】その上、分離されたナノサイズの触媒金属粒子を形成するためのプラズマ蝕刻時、蝕刻条件、例えばプラズマ密度、蝕刻温度および蝕刻時間などを変化させることによって触媒金属粒子の大きさが調節できるために容易にカーボンナノチューブの直径を調節しうる。そして、カーボンソースガスの供給条件、例えばガス流量、反応温度および反応時間を変更させることによって、カーボンナノチューブの長さも調節しやすい。

【0035】そして、熱化学気相蒸着装置を使用するために多数の基板上に同時に合成工程を進行する一括式(batch type)合成が可能である。従って、合成収率を高められる。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明の一実施例によるカーボンナノチューブの合成方法の流れ図である。

【図2】本発明の一実施例によるカーボンナノチューブ

の合成方法における基板の断面図で、(A)および(B)はカーボンナノチューブの形成時、触媒として作用する触媒金属膜の形成された基板の断面図であり、(C)はカーボンソースガス分解用触媒金属膜の形成された基板の断面図である。

【図3】本発明の一実施例によるカーボンナノチューブの合成方法における基板上に分離されたナノサイズの触媒金属粒子を形成する段階を示す断面図である。

【図4】本発明の一実施例によるカーボンナノチューブの合成方法に用いられる熱化学気相蒸着装置のボートとそのスリットに立てられたカーボンソースガス分解用触媒金属膜基板とカーボンナノチューブが形成される基板を示す断面図である。

【図5】本発明の一実施例によるカーボンナノチューブの合成方法に用いられる熱化学気相蒸着装置の概略図である。

【図6】本発明の一実施例によるカーボンナノチューブの合成方法において、分離されたナノサイズの触媒金属粒子からカーボンナノチューブが形成される段階を示す断面図である。

【図7】本発明の一実施例によるカーボンナノチューブの合成方法において、分離された触媒金属粒子からカーボンナノチューブが形成されるメカニズムを示す模式図である。

【符号の説明】

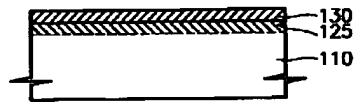
10	絶縁膜を形成する段階
15	金属膜を形成する段階
20	基板上に触媒金属膜を形成する段階
30	ナノサイズの触媒金属粒子を形成する段階
40	カーボンナノチューブを形成する段階
110	基板
120	絶縁膜
125	金属膜
130	触媒金属膜
130P	触媒金属粒子
150	カーボンナノチューブ
210	基板
230	カーボンソースガス分解用触媒金属膜
300	プラズマ
400	反応炉
410	ボート
415	注入方向
420	ガス供給管
500	第1弁
510	カーボンソースガス供給源
550	第2弁
560	希釈ガス供給源
600	カーボンソースガス

【図2】

(A)



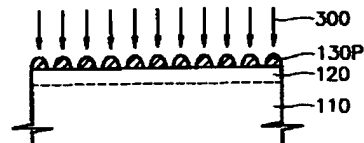
(B)



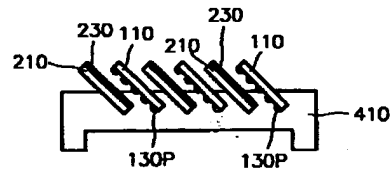
(C)



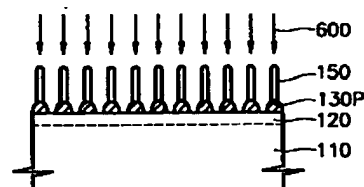
【図3】



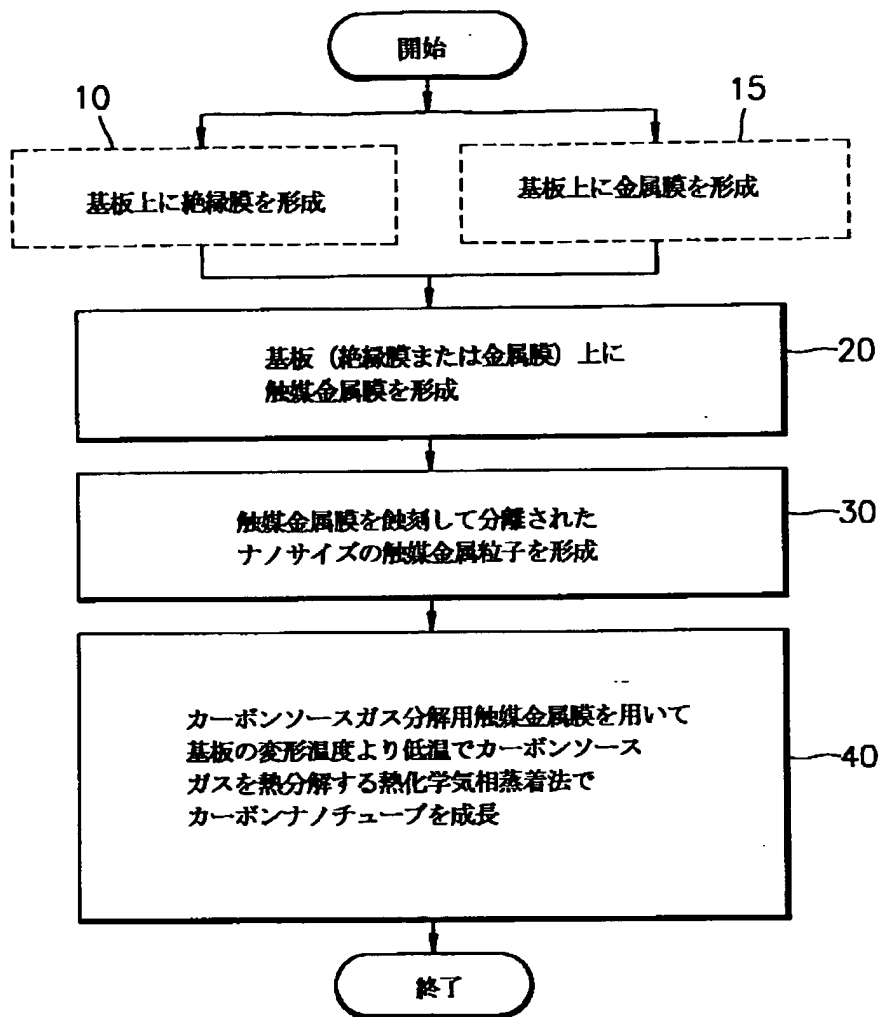
【図4】



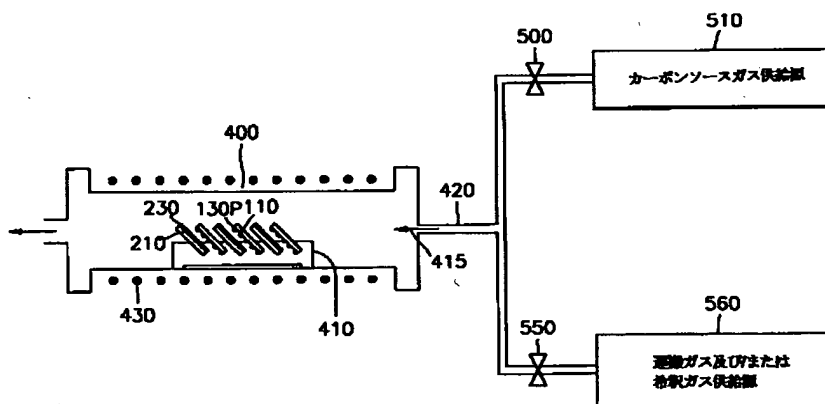
【図6】



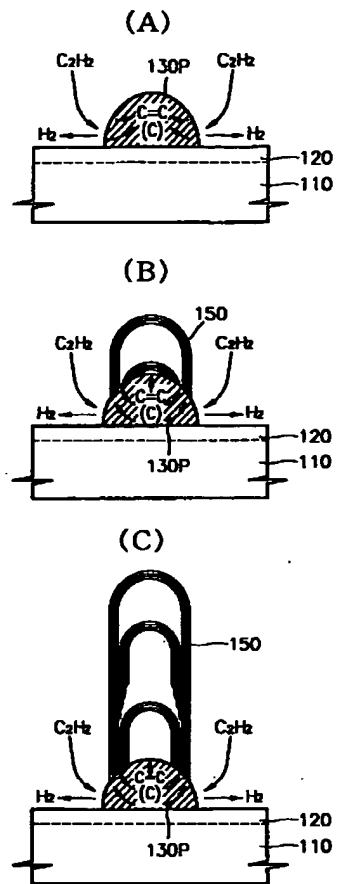
【図1】



【図5】



【図7】



フロントページの続き

(72)発明者 柳 在銀
 大韓民国ソウル特別市城北区貞陵1洞1015
 番地慶南アパート106棟1001号